

## SINTERED ALUMINUM NITRIDE COMPACT FOR HOT PLATE AND ITS PRODUCTION

Publication number: JP2000272985

Publication date: 2000-10-03

Inventor: FURUKAWA MASAKAZU; ITO YASUTAKA

Applicant: IBIDEN CO LTD

Classification:

- International: A47J37/06; C04B41/50; C04B41/87; A47J37/06;  
C04B41/45; C04B41/87; (IPC1-7): C04B41/87;  
A47J37/06

- European: C04B41/50P10

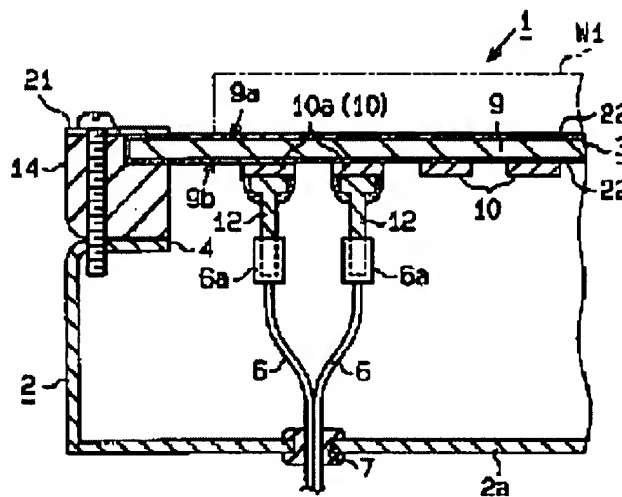
Application number: JP19990081185 19990325

Priority number(s): JP19990081185 19990325

[Report a data error here](#)

### Abstract of JP2000272985

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a sintered aluminum nitride compact with has excellent water resistance and is used for a hot plate. **SOLUTION:** This sintered aluminum nitride compact 9 is used as the hot plate 3 of a hot plate unit 1. A  $\geq 0.1 \mu\text{m}$  thick water-resistant protection film 22 is formed on the surface layer of at least one side 9a of the sintered compact 9. The method for producing the sintered aluminum nitride compact for the hot plate comprises heating the sintered compact in an oxidizing atmosphere at 850 to 1,200 deg.C for 1 to 10 hr to oxidize the surface layer of the sintered compact.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも片側面の表層に厚さ0.1  $\mu\text{m}$ 以上の耐水性保護膜を有することを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体。

【請求項2】少なくとも片側面の表層に厚さ0.1  $\mu\text{m}$ ～5.0  $\mu\text{m}$ のアルミニウム酸化物からなる耐水性保護膜を有することを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体。

【請求項3】請求項2に記載のホットプレート用窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、酸化雰囲気下かつ850℃～1200℃の温度条件で前記焼結体を1時間～10時間程度加熱することにより、前記焼結体の表層を酸化させることを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ホットプレート用窒化アルミニウム焼結体及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体製造プロセスにおいて、例えば感光性樹脂塗布工程を経たシリコンウェハを加熱乾燥させる場合、通常、ホットプレートと呼ばれる加熱装置が用いられる。

【0003】従来におけるこの種のホットプレートは、窒化アルミニウム焼結体の片側面に抵抗体を形成してなる構造を有している。そして、ホットプレートの上面側に被加熱物であるシリコンウェハを載置し、この状態で抵抗体に通電することにより、シリコンウェハが数百℃に加熱されるようになっている。

【0004】このようなホットプレートのウェハ載置面が加熱時に水蒸気に晒された場合、窒化アルミニウム焼結体と水との間で何らかの化学反応が起き、焼結体本来の性質が損なわれてしまう場合がある。そのため、従来では耐水性の向上を目的として、例えば王水処理を行うことにより、焼結体表層に存在する酸化膜（アルミナ膜）の厚さを増大させる等の対策が採られてきた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、王水処理を実施したとしても、酸化膜をせいぜい10ナノメートル程度の厚さに変更できるにすぎず、耐水性を十分に向上しうる膜厚を確保することは現状では極めて困難であった。

【0006】本発明は上記の課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、耐水性に優れたホットプレート用窒化アルミニウム焼結体を提供することにある。また、本発明の別の目的は、上記の優れた焼結体を確実にかつ効率よく製造できる方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するた

めに、請求項1に記載の発明では、少なくとも片側面の表層に厚さ0.1  $\mu\text{m}$ 以上の耐水性保護膜を有することを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体をその要旨とする。

【0008】請求項2に記載の発明は、請求項1において、少なくとも片側面の表層に厚さ0.1  $\mu\text{m}$ ～5.0  $\mu\text{m}$ のアルミニウム酸化物からなる耐水性保護膜を有するとした。

【0009】請求項3に記載の発明では、請求項2に記載のホットプレート用窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、酸化雰囲気下かつ850℃～1200℃の温度条件で前記焼結体を1時間～10時間程度加熱することにより、前記焼結体の表層を酸化させることを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体の製造方法をその要旨とする。

【0010】以下、本発明の「作用」について説明する。請求項1に記載の発明によると、厚さ0.1  $\mu\text{m}$ 以上という充分な厚さの耐水性保護膜によって焼結体の片側面が保護される結果、焼結体が直に水蒸気に晒されなくなり、従来に比べて焼結体の耐水性が向上する。

【0011】特に請求項2に記載の発明のごとく、アルミニウム酸化物からなる耐水性保護膜の厚さを上記好適範囲内に設定することにより、生産性の低下や高コスト化を回避しつつ確実に焼結体の耐水性向上を図ることができる。

【0012】この膜が厚すぎると、熱衝撃によってクラックが生じやすくなり、窒化アルミニウム焼結体が部分的に露出してしまふおそれがあるため、かえって耐水性を悪化させる可能性がある。また、必要以上に厚い膜を形成しようとすると、生産性の悪化やコスト高を招く結果となる。逆に、この膜が薄すぎると、窒化アルミニウム焼結体を完全に被覆して保護することができなくなり、耐水性向上の確実化を図れなくなるおそれがある。

【0013】また、アルミニウム酸化物からなる耐水性保護膜であれば、被保護物である窒化アルミニウム焼結体の表層を酸化させることにより得ることができるので、形成に際して別種の材料を用いる必要がない。よって、困難なく耐水性保護膜を形成することができる。

【0014】請求項3に記載の発明によると、酸化雰囲気下にて所定温度条件で焼結体を所定時間加熱することにより、窒化アルミニウム焼結体の表層が酸化される結果、好適な厚さのアルミニウム酸化物からなる膜を確実にかつ効率よく形成することができる。

【0015】この場合、加熱温度を1200℃よりも高くすると、酸化反応の進行が速くなりすぎて、当該膜にクラックが生じやすくなる。逆に加熱温度を850℃よりも低くすると、クラックの発生が回避される反面、窒化アルミニウムの酸化反応の進行が極めて遅くなり、生産性の低下につながるおそれがある。また、加熱時間を1時間よりも短くすると、充分な厚さの膜を形成するこ

とが困難になる。逆に加熱時間を10時間よりも長くすると、充分な厚さの膜を形成できる反面、生産性の低下につながるおそれがある。

#### 【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明のホットプレート用窒化アルミニウム焼結体9を具体化した一実施形態のホットプレートユニット1を図1、図2に基づき詳細に説明する。

【0017】図1に示されるホットプレートユニット1は、ケーシング2及びホットプレート3を主要な構成要素として備えている。ケーシング2は有底状の金属製部材であって、断面円形状の開口部4をその上部側に備えている。当該開口部4には環状のシールリング14を介してホットプレート3が取り付けられる。ケーシング2の底部2aの中心部における3箇所には、図示しないリフトピンが挿通されるピン挿通スリーブ5が設けられている。これらのリフトピンは、シリコンウェハW1を3点で支持した状態で同シリコンウェハW1を昇降させる。底部2aの外周部には電流供給用のリード線6を挿通するためのリード線引出孔7が形成され、各リード線6はそこからケーシング2の外部に引き出されている。

【0018】窒化アルミニウム焼結体9からなる本実施形態のホットプレート3は、感光性樹脂が塗布されたシリコンウェハW1を200～300℃にて乾燥させるための低温用ホットプレート3である。窒化アルミニウム焼結体9をプレート形成用セラミック焼結体として選択した理由は、他のセラミック焼結体に比べて耐熱性に優れかつ熱伝導率が高いという性質があるからである。

【0019】図1に示されるように、この窒化アルミニウム焼結体9は、円盤状をした厚さ約1mm～数mm程度の板状物であって、ケーシング2の外寸法より若干小径となるように設計されている。窒化アルミニウム焼結体9の中心部には、各リフトピンに対応した3箇所にそれぞれピン挿通孔11が透設されている。

【0020】この窒化アルミニウム焼結体9は、少なくともその片側面（即ちウェハ載置面である上面9a）の表層に、所定厚さの耐水性保護膜22を有している。本実施形態においては、耐水性保護膜22が窒化アルミニウム焼結体9の外表面全体における表層に均一な厚さで形成されている。

【0021】前記耐水性保護膜22はアルミニウム酸化物（アルミナ： $Al_2O_3$ ）からなるものであって、その厚さは0.1 $\mu m$ 以上、さらには0.1 $\mu m$ ～5.0 $\mu m$ 、特には1.0 $\mu m$ ～2.0 $\mu m$ に設定されることがよい。

【0022】耐水性保護膜22が厚すぎると、熱衝撃によってクラックが生じやすくなり、窒化アルミニウム焼結体9が部分的に露出してしまふおそれがあるため、かえって耐水性を悪化させる可能性があるからである。ま

た、必要以上に厚い耐水性保護膜22を形成しようとすると、生産性の悪化やコスト高を招く結果となる。逆に、耐水性保護膜22が薄すぎると、窒化アルミニウム焼結体9を完全に被覆して保護することができなくなり、耐水性向上の確実化を図れなくなるおそれがあるからである。

【0023】図2に示されるように、窒化アルミニウム焼結体9の下面9b（より正確にいうと下面9bを被覆している耐水性保護膜22上）には、導体層としての抵抗パターン10が同心円状ないし渦巻き状に形成されている。同図の抵抗パターン10は、例えば印刷された銀ペーストを焼き付けることで形成される。抵抗パターン10を形成する金属として銀を選択した理由は、高温に晒されても比較的酸化しにくく、通電により発熱させるにあたって充分な抵抗値を有するからである。抵抗パターン10の端部にはピン接続用パッド部10aが形成されている。これらのパッド部10aには、導電性材料からなる端子ピン12の基端部がはんだ付けされている。その結果、各端子ピン12と抵抗パターン10との電気的な導通が図られている。各端子ピン12の先端部には、リード線6の先端部にあるソケット6aが嵌着されている。従って、リード線6及び端子ピン12を介して抵抗パターン10に電流が供給すると、抵抗パターン10の温度が上昇し、ホットプレート3全体が加熱される。

【0024】次に、上記窒化アルミニウム焼結体9からなるホットプレート3を製造する手順の一例を簡単に説明する。窒化アルミニウムの粉体に、必要に応じてイットリアなどの焼結助剤やバインダー等を添加してなる混合物を作製し、これを3本ロール等により均一に混練する。この混練物を材料として、厚さ数mm程度の板状生成形体をプレス成形により作製する。

【0025】作製された生成形体に対してパンチングまたはドリリングによる穴あけを行い、ピン挿通孔11を形成する。次いで、穴あけ工程を経た生成形体を乾燥、仮焼成及び本焼成して完全に焼結させることにより、窒化アルミニウム焼結体9を作製する。焼成工程はHIP装置によって行われることがよく、その温度は1500℃～2000℃程度に設定されることがよい。この後、窒化アルミニウム焼結体9を所定径（本実施形態では230mm $\phi$ ）にかつ円形状に切り出し、これをバフ研磨装置等を用いて表面研削加工する。

【0026】続いて、表面研削工程を経た窒化アルミニウム焼結体9を加熱炉内にセットし、炉内を乾燥した酸素雰囲気で満たす。そして、このような雰囲気下にて所定温度かつ所定時間での加熱処理を行ない、窒化アルミニウム焼結体9の表層を全体的に酸化させる。

【0027】加熱温度は850℃～1200℃で行われる必要があり、特には950℃～1100℃で行われることがよい。加熱温度を高くしすぎると、酸化反応の進

行が速くなりすぎて、アルミナからなる耐水性保護膜22にクラックが生じやすくなるからである。逆に加熱温度を低くしすぎると、クラックの発生が回避される反面、窒化アルミニウムの酸化反応の進行が極めて遅くなり、生産性の低下につながるおそれがあるからである。

【0028】加熱時間は1時間～10時間程度である必要があり、特に3時間～5時間程度であることがよい。加熱時間を短くしすぎると、アルミナからなる耐水性保護膜22を十分な厚さに形成することが困難になるからである。逆に加熱時間を必要以上に長くしたとしても、十分な厚さのアルミナからなる耐水性保護膜22を形成できる反面、生産性の低下につながるおそれがあるからである。

【0029】上記の加熱工程により窒化アルミニウム焼結体9の外表面全体に厚さ0.1 $\mu$ m～5.0 $\mu$ m程度の耐水性保護膜22を形成した後、引き続いてペースト印刷工程を実施する。即ち、あらかじめ調製しておいた銀ペーストを、窒化アルミニウム焼結体9の下面9b側にスクリーン印刷等により均一に塗布する。

【0030】ここでは使用される銀ペーストは、銀粒子(Ag粒子)、金属酸化物からなるガラスフリット、溶剤などを含んでいる。塗布された銀ペーストを約600℃～800℃の温度で所定時間加熱すると、銀ペースト中の溶剤が揮発して、銀からなる抵抗パターン10及びパッド部10aが焼き付けられる。

【0031】その後、パッド部10aに対しては、はんだS1を介して端子ピン12を接合する。このようにホットプレート3を完成させた後、さらにこれをケーシング2の開口部4に取り付けられ、図1に示す所望のホットプレートユニット1が完成する。

【0032】従って、本実施形態によれば以下のような効果を得ることができる。

(1) 本実施形態のホットプレートユニット1では、窒化アルミニウム焼結体9の上面9aが、従来の王水処理では達成し得なかった十分な厚さの耐水性保護膜22によって保護されている。その結果、窒化アルミニウム焼結体9が直に水蒸気に晒されなくなり、従来に比べて窒化アルミニウム焼結体9の耐水性が向上する。

【0033】(2) 本実施形態の耐水性保護膜22はアルミナからなり、かつその厚さは上記の好適範囲内に設定されている。従って、生産性の低下や高コスト化を回避しつつ確実に窒化アルミニウム焼結体9の耐水性向上を図ることができる。

【0034】また、アルミナからなる耐水性保護膜22であれば、被保護物である窒化アルミニウム焼結体9の表層を酸化させることにより簡単に得ることができる。ゆえに、膜の形成に際して別種の材料を用いる必要がない。よって、困難なく耐水性保護膜22を形成することができ、ひいては製造が容易なホットプレート3とすることができる。

【0035】(3) 本実施形態の製造方法では、酸化雰囲気下にて所定温度条件で窒化アルミニウム焼結体9を所定時間で加熱しているため、好適な厚さのアルミナからなる耐水性保護膜22を確実にかつ効率よく形成することができる。

【0036】(4) また、この耐水性保護膜22は窒化アルミニウム焼結体9の外表面全体を覆うものであるため、上述したような加熱酸化法を採用することにより、極めて容易に成膜することが可能である。即ち、本実施形態の耐水性保護膜22は加熱酸化法に適したものとなっている。

【0037】なお、本発明の実施形態は以下のように変更してもよい。

・ 耐水性保護膜22は、必ずしも窒化アルミニウム焼結体9の外表面全体を覆うものでなくてもよく、その一部を覆うものであっても構わない。例えば、図3に示される別例のホットプレート3Aでは、窒化アルミニウム焼結体9のウェハ載置面である上面9aの表層にのみ耐水性保護膜22が形成されている。その他、窒化アルミニウム焼結体9の外周面を除き、その上面9a及び下面9bの両方に耐水性保護膜22を形成した構造としてもよい。

【0038】・ 耐水性保護膜22の形成に際しては、実施形態のごとく水蒸気を殆ど含まない乾燥した酸化雰囲気下で加熱酸化を行なってもよいほか、ある程度水蒸気を含む酸化雰囲気下で加熱酸化を行なってもよい。ドライな条件に設定すれば、酸化反応の進行がいくぶん緩やかになり、焼結体を緻密化するうえで好都合となる。逆に、ウェットな条件に設定すると、酸化反応の進行がいくぶん速くなり、生産性のより一層の向上を図るうえで好都合となる。

【0039】・ アルミナからなる耐水性保護膜22を形成する方法として、実施形態にて示した加熱酸化法の代わりに、例えばUVオゾン処理法や、酸素プラズマ処理法などを選択することも可能である。

【0040】・ 耐水性保護膜22は実施形態にて示したようなアルミニウムの酸化物からなるもののみに限定されず、例えばアルミニウム以外の金属の酸化物(例えばシリカ、無機ガラス等)からなるものでもよい。また、金属酸化物以外の材料として、例えばポリイミド等の耐熱性樹脂材料を選択することも許容される。ただし、実施形態のように、被保護物である焼結体9と耐水性保護膜22とが、同種の金属同士の組み合わせであることが好ましい。

【0041】次に、特許請求の範囲に記載された技術的思想のほかに、前述した実施形態によって把握される技術的思想をその効果とともに以下に列挙する。

(1) 少なくとも片側面の表層に厚さ1.0 $\mu$ m～2.0 $\mu$ mのアルミニウム酸化物からなる耐水性保護膜を有することを特徴とするホットプレート用窒化アルミ

ニウム焼結体。

【0042】(2) 請求項1、2、技術的思想1のいずれか1つにおいて、前記耐水性保護膜は、前記窒化アルミニウム焼結体の外表面全体における表層に形成されていること。従って、この技術的思想2に記載の発明によれば、例えば加熱酸化法による成膜に適した構造とすることができる。

【0043】(3) 請求項2に記載のホットプレート用窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、オゾン処理または酸素プラズマ処理を行なうことにより、前記焼結体の表層を酸化させることを特徴とするホットプレート用窒化アルミニウム焼結体の製造方法。従って、この技術的思想3に記載の発明によれば、上記の優れた焼結体を確実にかつ効率よく製造することができる。

【0044】

【発明の効果】以上詳述したように、請求項1、2に記

載の発明によれば、耐水性に優れたホットプレート用窒化アルミニウム焼結体を提供することができる。

【0045】請求項2に記載の発明によれば、生産性の低下や高コスト化を回避しつつ確実に焼結体の耐水性向上を図ることができる。請求項3に記載の発明によれば、上記の優れた焼結体を確実にかつ効率よく製造できる方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態のホットプレートユニットを示す概略断面図。

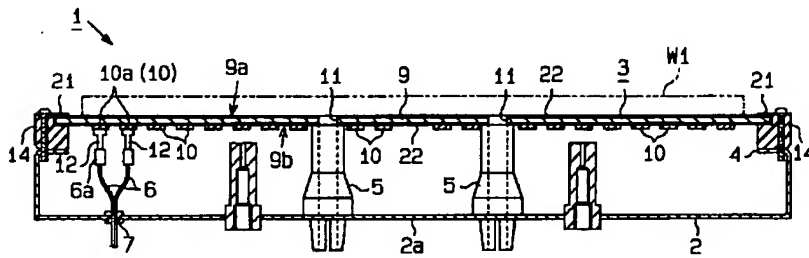
【図2】同じくそのホットプレートの部分拡大断面図。

【図3】別例のホットプレートユニットの部分拡大断面図。

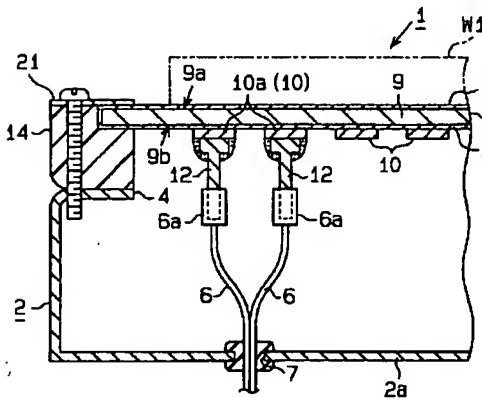
【符号の説明】

3、3A…ホットプレート、9…ホットプレート用窒化アルミニウム焼結体、9a…片側面としての上面、22…耐水性保護膜。

【図1】



【図2】



【図3】

